

Rec'd F~~PTO~~ 25 FEB 2005

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 61-129016

(43)Date of publication of application : 17.06.1986

(51)Int.Cl.

B01D 39/20

B01J 35/04

(21)Application number : 59-251140

(71)Applicant : KIYATARAA KOGYO KK

(22)Date of filing : 28.11.1984

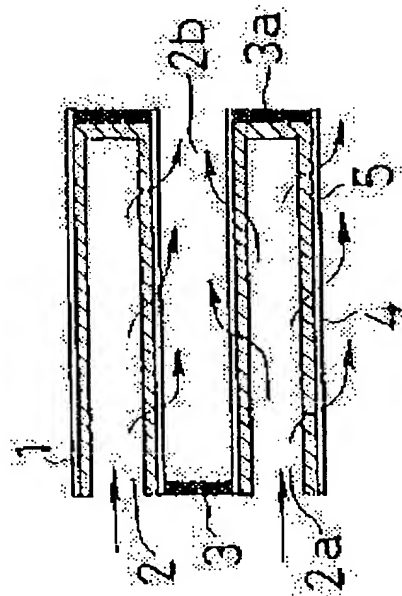
(72)Inventor : TERADA MAMORU
SATO MASAYASU

(54) HONEYCOMB SHAPED PARTICULATE COLLECTION FILTER, HONEYCOMB SHAPED CATALYST FILTER AND PREPARATION THEREOF

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a filter excellent in collection efficiency and combustion propagation characteristic, by forming an alumina coating layer to the surface of the side wall of each cell not closed by a blind plug in the gas inlet side of a honeycomb shaped filter.

CONSTITUTION: The cells 2 of a ceramic monolithic carrier 1 are closed every other one by blind plugs 3 and cells 2a not closed in the inlet side by the blind plugs 3 are closed by said blind plugs 3 in the outlet side while cells 2b closed by the blind plugs 3 are opened in the inlet side and an activated alumina coating layer 5 is formed to the side wall of each cell 2a not closed by the blind plug 3 in the inlet side. A catalytic metal of a platinum group elements is further applied to the alumina coating layer and a filter increased in the collection efficiency of a particulate and excellent in combustion propagation characteristic can be obtained.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-129016

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)6月17日

B 01 D 39/20
B 01 J 35/04

D-8314-4D
7158-4G

審査請求 未請求 発明の数 2 (全5頁)

⑮ 発明の名称 ハニカム型パティキュレート捕集用フィルタおよびハニカム型触媒
フィルタならびにハニカム型パティキュレート捕集用フィルタの製
造方法

⑯ 特 願 昭59-251140

⑰ 出 願 昭59(1984)11月28日

⑱ 発 明 者 寺 田 衛 静岡県小笠郡浜岡町佐倉2398番地の2

⑲ 発 明 者 佐 藤 真 康 静岡県小笠郡大東町大坂417番地

⑳ 出 願 人 キャクター工業株式会 静岡県小笠郡大東町千浜7800番地
社

㉑ 代 理 人 弁理士 鈴江 武彦 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

ハニカム型パティキュレート捕集用フィル
タおよびハニカム型触媒フィルタならびに
ハニカム型パティキュレート捕集用フィル
タの製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) ガス入口側セルを1個おきに盲栓で塞ぎ、
ガス出口側では、入口側で盲栓をしないセルに
ついては盲栓で塞ぎ、入口側で盲栓をしたセル
については開けてあるハニカム型フィルタにお
いて、ガス入口側において盲栓をしてないセル
の側壁表面にアルミナのコーティング層を形成
させてなるハニカム型パティキュレート捕集用
フィルタ。

(2) ガス入口側セルを1個おきに盲栓で塞ぎ、
ガス出口側では、入口側で盲栓をしないセルに
ついては盲栓で塞ぎ、入口側で盲栓をしたセル
については開けてあるハニカム型フィルタのガ
ス入口側において盲栓をしないセルの側壁表面

に、アルミナのコーティング層を形成させたの
ち、上記フィルタのセル側壁にさらに白金族元
素の少くとも一種の触媒金属を担持させてなる
ハニカム型触媒フィルタ。

(3) ガス入口側セルを1個おきに盲栓で塞ぎ、
ガス出口側では、入口側で盲栓をしないセルに
ついては盲栓で塞ぎ、入口側で盲栓をしたセル
については開けてあるハニカム型フィルタの下
端を吸引しつつ、上端より活性アルミナを含む
スラリーまたはアルミナゾルを投入し、ガス入
口側において盲栓をしないセルの側壁表面にア
ルミナのコーティング層を形成させることから
なるハニカム型パティキュレート捕集用フィル
タの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

この発明は、ディーゼルエンジン等の内燃機関
から排出されるパティキュレートを浄化するの
にすぐれたハニカム型パティキュレート捕集用
フィルタおよびハニカム型触媒フィルタならび
にハニカム型パティキュレート捕集用フィルタ

の製造方法に関する。

ディゼルエンジン等から排出されるパーティキュレート^いを浄化するシステムとして排気系に捕集用フィルタを設け、捕集されたパーティキュレートを電気ヒーター、オイルバーナーもしくは触媒等を用いて燃焼させることが提案されている（特開昭58-187512号、特開昭59-18221号、特開昭59-520号等参照）。パーティキュレートを捕集するフィルタは、第1図および第2図に示すように、セラミックスモノリス担体1のガス入口側セル2を1個おきに盲栓3で塞ぎ、ガス出口側では、入口側で盲栓をしないセル2_aについては盲栓3_aで塞ぎ、入口側で盲栓をしたセル2_bについては開けてあり、ガスは矢印に示すように、セル側壁4のポアを通じて流れる。このようなフィルタはハニカム構造の微粒子フィルタ（以下ハニカム型フィルタという）と呼ばれ、特開昭58-185919号に開示されている。その他パーティキュレートを捕集するフィルタとして、三次元網目構造をもつ

ハニカム型パーティキュレート捕集用フィルタを製造する方法をも提供するものである。

しかし、この発明のハニカム型パーティキュレート捕集用フィルタは、ハニカム型フィルタのガス入口側において盲栓をしてないセルの側壁表面にアルミナのコーティング層を形成させてなるものである。

また、この発明のハニカム型触媒フィルタは、上記のフィルタのセル側壁にさらに白金族元素の少くとも一種の触媒金属を担持させてなるものである。

さらに、この発明のハニカム型パーティキュレート捕集用フィルタの製造方法は、ハニカム型フィルタの下端を吸引しつつその上端より活性アルミナ（ Al_2O_3 ）を含むスラリーまたはアルミナゾルを投入してガス入口側において盲栓をしていないセル側壁表面にアルミナのコーティング層を形成させることからなる。

この発明のハニカム型パーティキュレート捕集用フィルタは、第3図に示すように、セラミッ

セラミック担体、スチール・ウール、ワイヤメッシュ等もある。

上記のハニカム型フィルタは前記のように両端が交互に盲栓がしてあって、セル側壁にガスが通過する数 μm 〜数 $10\mu m$ のポアがわいていだけであるので、パーティキュレートの捕集率は、他のフィルタの捕集率より高い。しかしながら、捕集されたパーティキュレートを電気ヒーターやオイルバーナ等で燃焼しようとしてもフィルタの前側に捕集されたパーティキュレートのみが燃焼し、セルの奥に捕集されたパーティキュレートまでは燃焼しない。すなわちハニカム型フィルタでは燃焼^{は後}特性がわるい。さらにハニカム型フィルタではガスの入口側に大部分のパーティキュレートを捕集してしまう。

この発明は、上記従来技術の問題点を解決し、パーティキュレート捕集率および燃焼伝播特性にすぐれたハニカム型パーティキュレート捕集用フィルタおよびハニカム型触媒フィルタを提供すべくなされたものである。さらにこの発明はハ

クスモノリス担体1のガス入口側セル2を1個おきに盲栓3で塞ぎ、ガス出口側では、入口側で盲栓をしないセル2_aについては盲栓3_aで塞ぎ、入口側で盲栓をしたセル2_bについては開け、入口側で盲栓をしないセル2_aの側壁4の表面に活性アルミナのコーティング層5を形成させてなるものである。

第3図においてガスは矢印に示すように、セル側^壁4のポアを通じて流れるので、アルミナのコーティング層は、ガスが一つのセルから他のセルに流れる場合に、ガスの入口側にのみ形成されることになる。

さらにこの発明のハニカム型触媒フィルタは、上記のこの発明のハニカム型パーティキュレート捕集用フィルタのガス入口側において盲栓をしていないセル側壁に、さらに白金族元素の少くとも一種の触媒金属を担持させてなるものである。白金族元素の触媒金属としては、白金、パラジウムおよびロジウムがとくに好適である。

この発明のハニカム型パーティキュレート捕集

用フィルタの製造方法および製造装置について以下に述べる。

第4図に示すタンク6には、その上面にコート足7が、ガasket8を介してボルト締めて固定されている。コート足7は吸引取入口9を具備し、吸引取入口9は排出ポンプ等に接続される。コート足7の上には、フィルタ固定台10が設置されており、固定台10は、ハニカム型フィルタ11の大きさにより交換可能となっている。また固定台10にはゴムパッキンが固定されている。ハニカム型フィルタ11は、固定台10に垂直に設置され、ハニカム型フィルタ11の上側にはスラリー取入器12が接続される。スラリー取入器の内面は、ハニカム型フィルタと密着し、スラリーがハニカム型フィルタの外壁に流出しないようにゴムパッキンが設けられている。

ハニカム型フィルタ11を吸水処理した後、第4図のように、固定台10に垂直に固定する。つぎに排出ポンプを用いて吸引取入口9を経て

さらに、活性アルミナを含むスラリーの他に、バインダー効果を有するアルミナゾルでもハニカム型フィルタのコーティングは可能である。

以上のようにガス入口側において盲栓をしないセル側壁の表面にアルミナをコーティングすることにより得られたハニカム型パティキュレート捕集用フィルタを好ましくは、100～300℃で乾燥し、500～800℃で0.5～2時間焼成後、少なくとも一種の白金族元素の触媒金属をセル側壁に担持させるとこの発明のハニカム型触媒フィルタが得られる。

ハニカム型フィルタ基材の比表面積は、1～2 m²/gと小さいが、アルミナコーティング層を形成することによりコート層比表面積は、50～100 m²/gに増える。このことによりコート層のパティキュレート吸着力が増し、パティキュレート捕集率が上がる。また、ハニカム型フィルタは、その触媒化に於いても基材の比表面積が小さいため、十分な量の触媒物質を担持させることが難しく、仮に担持できたとしても短時

タンク6内を連続的に吸引し、スラリー取入器12に活性アルミナを含むスラリーを投入する。スラリーはハニカム型フィルタのガス入口側において盲栓をしてないセルの側壁のポアを通過してタンク内に吸引され、セルの側壁表面に活性アルミナのコーティング層が形成される。タンク6内に溜ったスラリーは、タンク6の下面に設けられたドレンコック13より取り出し、スラリー取入器12に戻して再利用する。

ハニカム型フィルタのセルの側壁のポア径は数μm～数10μmと小さいので、活性アルミナを含むスラリー粘度が200 CPS以上あるとポアがスラリーで塞がれしやうことが多い。したがって、活性アルミナを含むスラリーの粘度は、200 CPS以下であることが好ましい。また、ハニカム型フィルタのコーティング後の、スラリーのたるみによるセルおよびセル側壁のポアの閉塞を防ぐために、ハニカム型フィルタの上下を逆転させ、もう一度吸引処理するか、または遠心分離等を行なうことが望ましい。

間でその触媒活性を失う結果となり実用化は難しい。しかしながら、アルミナコーティング層を形成することにより、コート層比表面積が50～100 m²/gに増えるため、十分な量の触媒物質を容易に担持でき、長時間の触媒活性を有するものと考えられる。

また、アルミナコーティング層上に捕集されたパティキュレートは、担持触媒物質により、活性化エネルギーが下げられるため、着火性および燃焼伝播性が向上する。

この発明のハニカム型パティキュレート捕集用フィルタは、セル側壁にアルミナのコーティング層が形成されているので上記したようにフィルタ基材の比表面積が増加しパティキュレートの捕集率が良好であるばかりでなく、燃焼伝播特性にすぐれている。また、フィルタ基材の比表面積が増加するので、触媒化が容易である。さらにこの発明の触媒フィルタは、ディーゼル機関等から排出される排気ガスの浄化特性にすぐれている外、パティキュレートの燃焼温度を下

降させ、かつ、電気ヒーター等によりパーティキュレートを燃焼させる際の燃焼伝播特性において著しくすぐれたものである。

実施例 1

ハニカム型フィルタを吸水処理し、活性アルミナを含むスラリーを10～200 mmHgの吸引条件下でコート後、250℃で乾燥し、700℃で1時間焼成した。このようにして得られたハニカム型フィルタにつきパーティキュレートの捕集率、着火温度および燃焼率を測定しその結果を下表に示した。

実施例 2

ハニカム型フィルタを吸水処理し、活性アルミナを含むスラリーを10～200 mmHgの吸引条件下でコート後、250℃で乾燥し、700℃で1時間焼成した。このサンプルにPdCl₂水溶液を用いてPdを担持した。このようにして得られたハニカム型触媒フィルタにつきパーティキュレートの捕集率、着火温度および燃焼率を測定しその結果を下表に示した。

上した。さらに、アルミナコーティング後、触媒担持(実施例2)することにより、パーティキュレートの捕集率のみならず、パーティキュレートの着火温度および燃焼率が大幅に向上した。

4. 図面の簡単な説明

第1図は従来のハニカム型フィルタの一実施例を略示的に示す斜視図、第2図は従来のハニカム型フィルタの一実施例を略示的に示す断面的説明図、第3図はこの発明のハニカム型パーティキュレート捕集用フィルタを略示的に示す断面的説明図および第4図はこの発明のハニカム型パーティキュレート捕集用フィルタの製造装置の一例を略示的に示す図である。

1…セラミックスモノリス担体、2…ガス入口側セル、2a…ガス入口側で盲栓をしないセル、2b…ガス入口側で盲栓をしたセル、3および3a…盲栓、4…セル側壁、5…アルミナのコーティング層、11…ハニカム型フィルタ。

比較例

ハニカム型フィルタの基材(アルミナコーティング層なし、触媒なし)について実施例と同様にしてパーティキュレートの捕集率、着火温度および燃焼率を測定し、その結果を下表に示した。

表

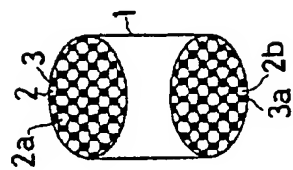
	実施例1	実施例2	比較例
パーティキュレート捕集率*1	85%	85%	50%
パーティキュレート着火温度*2	680℃	500℃	700℃
パーティキュレート燃焼率	25%	75%	20%

*1 入ガス温度200℃ エンジン回転数2000rpm

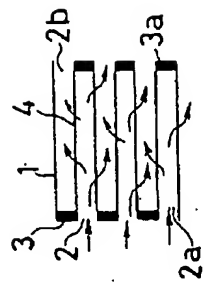
*2 パティキュレートが燃え始める温度

上表の実施例の結果と比較例の結果との比較から明らかなように、ハニカム型フィルタにアルミナコーティングをしたサンプル(実施例1)のパーティキュレート捕集率は、大幅に向上した。また、実施例1におけるパーティキュレート着火温度および燃焼率についても、わずかながら向

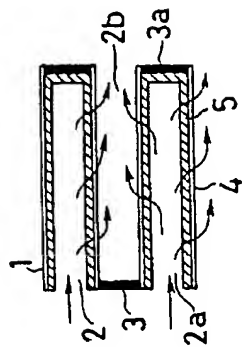
第 1 図



第 2 図



第 3 図



第 4 図

